

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representation of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

## **IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY**

**As rescanning documents *will not* correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平3-185197

⑬ Int.Cl.<sup>3</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成3年(1991)8月13日

D 21 H 17/28  
A 47 K 10/16

6654-2D  
8723-4L  
7003-4L

D 21 H 3/28  
5/00

Z

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全3頁)

⑮ 発明の名称 水分散性のよいティッシュペーパー

*translation attached*

⑯ 特 願 平1-323780

⑰ 出 願 平1(1989)12月15日

⑱ 発 明 者 植 田 政 良 群馬県渋川市半田2470番地 日本カーリット株式会社群馬工場内  
⑱ 発 明 者 野 口 宏 之 群馬県渋川市半田2470番地 日本カーリット株式会社群馬工場内  
⑱ 発 明 者 鈴 木 博 一 群馬県渋川市半田2470番地 日本カーリット株式会社群馬工場内  
⑲ 出 願 人 日本カーリット株式会社 東京都千代田区丸の内1丁目2番1号

明 細 書

1. 発明の名称

水分散性のよいティッシュペーパー

2. 特許請求の範囲

1 原料パルプに、弱カチオン性ジアルデヒドデンプンを添加後、抄紙して得られる水分散性のよいティッシュペーパー。

2 ティッシュペーパーの坪量が12.5～

16.5 g/m<sup>2</sup>のときに、弱カチオン性ジアルデヒドデンプンの添加量が原料パルプに対して

0.1～0.4%である請求項1記載のティッシュペーパー。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は引張強さに優れ、かつ、水分散性に優れたティッシュペーパーに関する。

(従来の技術)

ティッシュペーパーは、さし化パルプを主原料とし、濡れても破れないように引張強度を与えた2枚重ねの厚質紙で、捲入りティッシュ、ポケッ

トティッシュ、トイレットティッシュ、タオルティッシュなどに分けることができる。捲入りティッシュについては、JIS S3104-1985により、坪量、引張強さ、吸水度、白色度、蛍光についての品質が規定され、一定の引張強さ(乾燥時縦方向80gf、乾燥時横方向60gf)が要求されている。

(発明が解決しようとする課題)

トイレットティッシュは、水分散性を必要とするため、紙力増強剤を使用することができないので、吸水度を上げたり、坪量を増すことにより強度不足を補っているが、風合いが劣り、紙芯が多かったり、吸水強度が捲入りティッシュに比較して弱くて弱い欠点がある。

また、捲入りティッシュ、ポケットティッシュおよびタオルティッシュには、強度を出すために紙力増強剤が使用されているので、吸水強度が強い反面、水分散性が悪いので、水洗トイレに流すことはできない。特にポケットティッシュは、通常、捲入りティッシュに近い引張強さを持っているが、

または加工適性を向上させるために導入リティッシュ以上の強度をもつものが一般的である。

このような強度のあるティッシュ、例えばポケットティッシュは、トイレットペーパーの固え付けの無いトイレで使用されることがあり、水洗トイレの配管の詰りの原因となり、浄化槽内で分散しにくい等のトラブルを生じる。

(問題を解決するための手段)

本発明は上記従来の問題点を解決するものであり、導入リティッシュのように引張強度を有し、かつ、トイレットティッシュのように水分散性の良いティッシュを提供することを目的とする。

すなわち本発明のティッシュは、原料パルプに、弱カチオン性ジアルデヒドデンプンを添加後、抄紙して得られる水分散性のよいティッシュペーパーである。弱カチオン性ジアルデヒドデンプンの添加量は坪量との関係があり、一概に定めることはできないが、例えば、ティッシュペーパーの坪量が $12.5 \sim 16.5 \text{ g/m}^2$ のときに、弱カチオン性ジアルデヒドデンプンの添加量を原料パルプに

パルプ、日本カーリット(株)製]を添加した。添加量はパルプに対して固形分換算で0.05%、0.1%、0.2%、0.3%、0.4%および0.5%の6種とした。添加後、良く混合してからジェットフォーム型ティッシュ抄紙機を用い、抄紙幅140cm、抄紙速度200m/min、クレープ率20%の条件で、ティッシュペーパーを製造し、第1表に示す坪量のティッシュペーパーを得た。

また、上記と同一の製造条件で、弱カチオン性ジアルデヒドデンプンを添加しないもの、および市販のエポキシ樹脂系紙力増強剤(カイクメン557H、ディックハーキュレス社製)をパルプに対して固形分換算で0.2%添加し、第1表に示す坪量のティッシュを得た。

上記のようにして得たティッシュの引張強度および水分散性を、市販のティッシュの性質と併せて第1表に示した。なお引張強度および水分散性の試験方法は以下の通りである。

[引張強度試験] (JIS S3104-1985に準拠)

対して固形分換算で0.1~0.4%にすると強度および水分散性の良好なティッシュが得られる。

本発明で使用する弱カチオン性ジアルデヒドデンプンは市販品もあるが、たとえば次のようにして製造される。溶解槽に水を入れ、pHを4~5に調整し、85℃に昇温する。これにジアルデヒドデンプンを入れ加熱攪拌しながら溶解する。得られた溶液に硫酸を加えてpHを $3.0 \pm 0.5$ とした後、水冷により30℃まで冷却する。次にカチオン化剤(例えば、カチオン性アクリル酢酸ビニル共重合樹脂)を添加し、水で10%程度に希釈して弱カチオン性ジアルデヒドデンプンの水溶液を得る。

(実施例)

次に本発明の効果を実施例および比較例により説明する。

絶乾で340kgのNBKP(ラポニア:フィンランド産針葉樹パルプ)をビーターに仕込み、リファイナーで処理して14%SRの平解道とし、そこに弱カチオン性ジアルデヒドデンプン[トネ

製造時:試験片は2枚重ね(一組)で、紙の横方向(抄紙時における紙の流れの直角方向)に引張り、幅は25mm、つかみ間隔は100mmとした。

試験時:紙の縦方向(抄紙時における紙の流れ方向)に引張るように測定機に取り付け、水で試験片を湿潤させ、乾燥時の測定と同様に行なった。

[水分散性試験]

試験片0.5gを、水250mlの入った500mlの栓付三角フラスコに入れ、1分間200回(ストローク幅40mm)の速さで振とうさせた後の分散状態を観察した。第1表中、○は完全にパルプ化した状態のものであり、△はバラバラにはぐれパルプ化寸前の状態のものであり、また、×は紙の状態のままのものを表す。

第1表から、本発明のティッシュペーパーは、市販の導入リティッシュやポケットティッシュと同等の初期固形強度を有しているが、水中でほぐれ強度を失う性質を有することが分かる。

実験No	添加薬品 (添加量 %)	厚 量 (g/ml)	引 張 強 さ (gf)		水 分 散 性 デ ー タ			
			乾燥時 (横)	湿潤時 (縦)	1 分後	3 分後	5 分後	60 分後
1	無添加 (0 )	13.1	72	42	○	○	○	○
2	トネパール * (0.05)	13.3	75	50	○	○	○	○
3	・ (0.1 )	13.0	81	61	△	○	○	○
4	・ (0.2 )	12.8	83	62	△	△	○	○
5	・ (0.3 )	13.7	85	63	△	△	○	○
6	・ (0.4 )	13.8	90	65	△	△	○	○
7	・ (0.5 )	13.2	107	70	×	×	△	○
8	カイメン ** (0.2 )	13.3	86	94	×	×	×	×
市販新入リティッシュA		12.6	88	101	×	×	×	×
市販新入リティッシュB		12.8	87	104	×	×	×	×
市販ポケットティッシュC		14.1	90	99	×	×	×	×
市販トイレットティッシュD		10.2	76	45	○	○	○	○

\* 日本カーリット (株) 製 弱カチオン性ジアルデヒドデンブン

\*\* ディックハーキュレス社製 ニボキシ塩基系強力増強剤カイメン557H

また、実験No3～6のティッシュを水洗トイレで1週間使用し続け、7日後に浄化槽内を観察したところ、腐敗による付着効果でティッシュは完全にパルプ化し、配管が詰まることもなかった。

(発明の効果)

本発明のティッシュは、柔らかい、手ざわり等を損なうことなく、破れ、穴など使用上の欠点もなく、新入リティッシュ並みの強度を持ち、かつ、水分散性に優れているので水洗トイレに流すことのできる有益なティッシュである。

特許出願人 日本カーリット株式会社

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

Japanese Kokai Patent No. HEI 3[1991]-185197

---

Translated from Japanese by the Ralph McElroy Co., Custom  
Division, P. O. Box 4828, Austin, Texas 78765 USA

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



Code: 673-11941

## JAPANESE PATENT OFFICE

## PATENT JOURNAL

KOKAI PATENT NO.: HEI 3[1991]-185197

Int. cl. <sup>5</sup> :	D 21 H 17/28
	A 47 K 10/16
	D 21 H 3/28
	5/00
Sequence Nos. for Office Use:	6654-2D
	8723-4L
	7003-4L
Application No.:	HEI 1[1989]-323780
Application Date:	December 15, 1989
Publication Date:	August 13, 1991
No. of Invention:	2 (Total of 3 pages)
Examination Request:	None

## TISSUE PAPER WITH EXCELLENT DISPERSIBILITY IN WATER

Inventors:	Masayoshi Ueda
	Gumma Kojo
	Nippon Carlit K.K.
	2470, Handa, Shibukawa-
	shi, Gumma-ken

Hiroyuki Noguchi  
Gumma Kojo  
Nippon Carlit K.K.  
2470, Handa, Shibukawa-  
shi, Gumma-ken  
Horokazu Suzuki  
Gumma Kojo  
Nippon Carlit K.K.  
2470, Handa, Shibukawa-  
shi, Gumma-ken  
Nippon Carlit K.K.  
1-2-1, Marunouchi,  
Chiyoda-ku, Tokyo

Applicant:

There are no amendments to this patent.

#### Claims

1. Tissue paper with excellent dispersibility in water, produced by adding weakly cationic dialdehyde starch to the feedstock pulp, followed by paper making.

2. Tissue paper described in Claim 1 of the patent application in which weakly cationic dialdehyde starch is added to the feedstock pulp at 0.1-0.4% when the surface density of the tissue paper is 12.5-16.5 g/m<sup>2</sup>.

## Detailed explanation of the invention

### Industrial application

This invention is concerned with tissue paper with excellent tensile strength and excellent dispersibility in water.

### Conventional technique

Tissue paper is produced in the form of two-ply thin paper that is strong when wet, i.e., doesn't brake when wet, manufactured from a feedstock of bleached pulp and can be classified into boxed tissue, pocket tissue, toilet tissue and towel tissue. As for boxed tissue, JIS S3104-1985 defines the quality of paper required [to make tissue paper] with regard to the surface density, tensile strength, water absorption, whiteness and fluorescence. The required tensile strength is 80 gf in the transverse direction when dry and 60 gf in the longitudinal direction when wet.

### Problems to be solved by the invention

Tensile strength has, in the past, been increased in toilet tissue paper by enhanced beating of the pulp or increasing the surface density, since bonding agents could not be added for reinforcement of the tensile strength because of the required dispersibility in water. However, such procedures are beset with problems: the sense of touch of the paper is poor, powder is

easily scattered from the paper and the strength when wet is extremely weak compared to boxed tissue paper.

On the other hand, the wet strength is increased by adding a bonding agent in boxed tissue paper, pocket tissue paper and towel tissue paper, therefore these types of tissue paper cannot be used in the toilet because of poor dispersibility in water, despite their enhanced wet strength. Pocket tissue paper usually has a tensile strength close to that of boxed tissue paper or greater because of improved fabrication.

If tissue paper with a tensile strength such as pocket tissue papers is used in the toilet without toilet tissue paper, troubles are likely to occur such as clogging of the toilet pipes or nondegradability in the septic tank.

#### Methods to solve the problems

This invention solves the aforementioned problems and offers tissue paper with tensile strength comparable to that of box tissue paper and with dispersibility in water similar to a [conventional] toilet tissue paper.

The tissue paper of this invention is a tissue paper with excellent dispersibility in water obtained by paper making after adding weakly cationic dialdehyde starch to the pulp feedstock. The added amount of weakly cationic dialdehyde starch is dependent on the surface density of the paper and cannot be set to a particular value. Tissue paper with excellent strength and water dispersibility is obtained by adding weakly cationic dialdehyde starch as a solid at 0.1-0.4% to the pulp feedstock at a [tissue] surface density of 12.5-16.5 g/m<sup>2</sup>.

As the weakly cationic dialdehyde starch of this invention, commercial products can be used but it can also be prepared as follows: A reactor is loaded with water, the pH is adjusted to 4-5 and the temperature is raised to 85°C. Dialdehyde starch is added and dissolved by stirring and heating. The pH of solution thus obtained is adjusted to  $3.0 \pm 0.5$  with concentrated hydrochloric acid and the solution is cooled to 30°C. Then an agent to render the dialdehyde starch cationic is added (e.g., cationic acrylate-vinyl acetate copolymer) and the solution is diluted with water to a concentration of about 10% to obtain an aqueous solution of cationic dialdehyde starch.

#### Application example

The effects of this invention is explained with an application and a comparative example.

A beater was loaded with 340 kg of NBKP ([expansion unknown] pulp of Lavonia [transliteration], coniferous tree from Finland) as the dry mass to be refined to the degree of beating of 14° SR. Weakly cationic dialdehyde starch (Tonepearl, trademark of Nippon Carlit K.K.) was added at 0.05, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4 and 0.5% (6 kinds) as a solid, with respect to the pulp. After mixing well, the pulp was used to produce tissue paper using a Jet [sic] tissue-formation paper machine at a paper width of 140 cm; the speed of the paper making was 200 m/min and the percentage of crepe was 20%, tissue papers with the surface densities as shown in Table I were obtained.

Under the same conditions of production, tissue papers with the surface densities shown in Table I were produced without

adding weakly cationic dialdehyde starch but with the addition of a commercial bonding agent (Caimen [transliteration] 557H, Dick Hercules Co.) at 0.2%, as a solid, with respect to pulp.

Table I shows the tensile strength and water dispersibility for the above-mentioned samples of tissue paper obtained, together with the properties of commercially available tissue paper. The tests for tensile strength and water dispersibility were carried out as follows.

#### Tensile strength test (according to JIS S3104-1985)

Dry: A 2-ply test sheet (1 set) was stretched in the transverse direction (at a right angle to the direction of paper flow during paper making) at a width of 25 mm and a clumped length of 100 mm.

Wet: The test sheet was clumped in the tester in the longitudinal stretching direction (direction of paper flow during the paper production) and the test sheet was moistened with water to carry out a test similar to the dry [tensile strength] test.

#### Water dispersibility test

0.5 g of the test sheet was placed in a 500-mL stoppered Erlenmeyer flask containing 250 mL of water; the flask was shaken 200 times per minute (at a stroke distance of 40 mm) to observe the paper dispersion. In Table I, the sign O indicates complete reversion of paper to pulp; the sign  $\Delta$  indicates broken-up paper, i.e., paper just before turning into pulp, and the sign X indicates the persistence of the form of paper.

Table I shows that the tissue paper of this invention has an initial wet strength similar to commercially available boxed tissue paper or pocket tissue paper but the strength is gradually lost in water.

Samples of tissue paper of Experiment Nos. 3-6 were used continuously in a toilet for a week and the septic tank was observed at the end of the week. The tissue paper completely reverted to pulp by convection due to exposure to air and there was no clogging of the conduit [pipes].

#### Effects of the invention

The tissue paper of this invention has following beneficial effects: Tensile strength similar to boxed tissue paper without loss of its excellent feel to the touch and a texture without inconvenience in use, such as tearing or hole formation. It also exhibits excellent dispersibility in water so that the paper can be used as toilet tissue paper.

Table I.

Key: 1 - Experiment No.

2 - Added chemical (amount added %)

3 - No addition

4 - Tonepearl\*

5 - Caimen\*\*

6 - Commercial boxed tissue A

7 - Commercial boxed tissue B

8 - Commercial pocket tissue C

9 - Commercial toilet tissue D

10 - Surface density

11 - Tensile strength

12 - Dry (transverse)

13 - Wet (longitudinal)

14 - Water dispersibility data

15 - Min later

- \* Weakly cationic dialdehyde starch from Nippon Carlit K.K.

\*\* Dick Hercules Co., Caimen 557H epoxy-resin bonding agent

実験No. (1)	添加薬品 (添加量 %) (2)	厚 量 (g/m <sup>2</sup> ) (10)	引 張 強 さ (gf) (11)		分 散 性 デ ー タ (14)			
			乾燥時 (横) (12)	湿潤時 (縦) (13)	1分後 (15)	3分後	5分後	60分後
1	無添加 (3) (0)	13.1	72	42	○	○	○	○
2	(4) ネパール * (0.05)	13.3	75	50	○	○	○	○
3	" (0.1)	13.0	81	61	△	○	○	○
4	" (0.2)	12.8	83	62	△	△	○	○
5	" (0.3)	13.7	85	63	△	△	○	○
6	" (0.4)	13.8	90	65	△	△	○	○
7	(5) " (0.5)	13.2	107	70	×	×	△	○
8	(6) カイメン ** (0.2)	13.3	86	94	×	×	×	×
市販箱入りティッシュA (7)		12.6	88	101	×	×	×	×
市販箱入りティッシュB (8)		12.8	87	104	×	×	×	×
市販ポケットティッシュC (9)		14.1	90	99	×	×	×	×
市販トイレットティッシュD (10)		19.2	76	45	○	○	○	○